

HOME PATENTWEB TRADEMARKWEB WHAT'S NEW PRODUCTS & SERVICES ABOUT MICROPATENT



Search

List

First

Prev

Next

Last

MicroPatent's Patent Index Database: [Complete Family of JP10025265A]

1 record(s) found in the family

Order Selected Patent(s)

JP10025265A ☐ 19980127 FullText

Title: (ENG) NEW BETA-HYDROXYCARBOXYLIC ACID AND PERFUME COMPOSITION CONTAINING THE SAME

Abstract: (ENG)

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a new compound having methyl group and hydroxyl group at β position and capable of providing an animal-based fragrance.

SOLUTION: This compound is represented by formula I (R is a 3-4C straight- chain or branched chain alkyl) or its salt, e.g. 3-hydroxy- 3-methylhexanoic acid. The compound of formula I is obtained by subjecting a compound of formula II to Reformatskii Reaction with a compound of the formula $X-CH_2-COOEt$ (X is a halogen) to afford an ester of formula III having OH group at β -position, and hydrolyzing the resultant ester. The compound of formula I singly has putrifactive smell, but the compound can be used as a perfuming component of animal-based fragrance by combining with other perfume component at a low concentration and, in this case, the compound of formula I is blended in an amount of 0.001-5wt.%. The compound of formula I can be used for perfume, soap, shampoo, rinse, detergent, cosmetic, spray, flavoring agent, etc.

Application Number: JP 18328096 A

Application (Filing) Date: 19960712

Priority Data: JP 18328096 19960712 A X;

Inventor(s): HASEGAWA YOSHIHIRO ; FURUKAWA MAKOTO ; MATSUKANE MASAMOTO

Assignee/Applicant/Grantee: KAO CORP

IPC (International Class): C07C05901; A61K00746; C11B00900

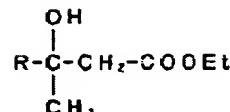
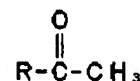
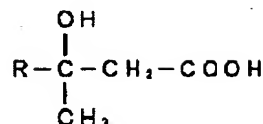
Other Abstracts for Family Members: CHEMABS128(11) 127752P

Other Abstracts for This Document: CAN128(11)127752P

Patents Citing This One (1):

→ WO2004078154A1 20040916 TAKASAGO
PERFUMERY CO LTD JP; OGURA
MIHARU JP; SAKURAI
KAZUTOSHI JP; SAWANO
KIYOHITO JP; YAMAZAKI
SADAHICO JP; HIRANO KOJI JP
PSEUDO BODY ODOR
COMPOSITION AND PERFUME
COMPOSITION FOR INHIBITING
BODY ODOR

Legal Status: There is no Legal Status information available for this patent





Search



List



First



Prev



Next



Last

Copyright © 2002, MicroPatent, LLC. The contents of this page are the property of MicroPatent LLC including without limitation all text, html, asp, javascript and xml. All rights herein are reserved to the owner and this page cannot be reproduced without the express permission of the owner.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-25265

(43)公開日 平成10年(1998)1月27日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 59/01		2115-4H	C 0 7 C 59/01	
A 6 1 K 7/46	3 7 5		A 6 1 K 7/46	3 7 5
C 1 1 B 9/00			C 1 1 B 9/00	R

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平8-183280

(22)出願日 平成8年(1996)7月12日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 長谷川 義博

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 古川 真

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 松金 正元

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

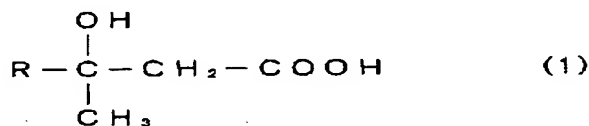
(74)代理人 弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54)【発明の名称】 新規β-ヒドロキシカルボン酸及びこれを含有する香料組成物

(57)【要約】

【解決手段】 下記一般式(1)

【化1】



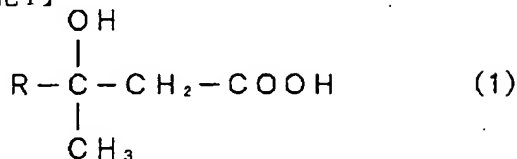
〔式中、Rは炭素数3又は4の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。〕で表されるβ-ヒドロキシカルボン酸又はその塩、及びこれを含有する香料組成物。

【効果】 本発明化合物は、一定濃度で他の香料成分と組合せて用いることにより、アニマル系の香気を付与することができ、香水、石けん、シャンプー、リンス、洗剤、化粧品、スプレー、芳香剤等の賦香を必要とするものに広範に使用することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)

【化1】



【式中、Rは炭素数3又は4の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。】で表されるβ-ヒドロキシカルボン酸又はその塩。

【請求項2】 請求項1記載のβ-ヒドロキシカルボン酸又はその塩を含有する香料組成物。

【請求項3】 請求項1記載のβ-ヒドロキシカルボン酸又はその塩の含有量が0.001～5重量%である請求項2記載の香料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、アニマル系の香気¹⁰を有する新規β-ヒドロキシカルボン酸及びこれを含有する香料組成物に関する。

【0002】

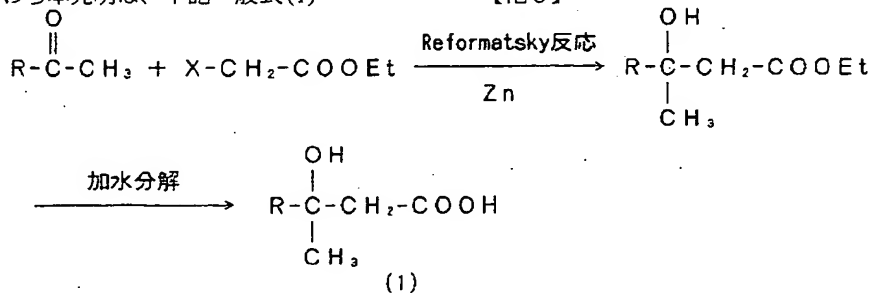
【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、アニマル系の香気を付与する香料素材としては、シベット、カストリウム、ムスク等の動物から採取される物質が用いられてきた。しかしながら、最近では上記物質は、それらの動物の減少や、動物保護の立場から入手が困難になってきている。

【0003】そのため、アニマルノートを付与する代替品が求められているが、その中でも動物を経由せず化学的に容易に合成可能で、天然感と嗜好性を兼ね備えた物質の開発が望まれている。

【0004】

【課題を解決するための手段】かかる実情において本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、β位にメチル基及びヒドロキシ基を有する新規なカルボン酸が上記要求を満たすものであることを見出し、本発明を完成した。

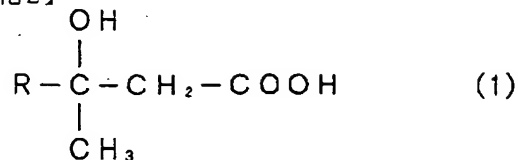
【0005】すなわち本発明は、下記一般式(1)



【0013】【式中、Rは前記と同じ意味を示し、Xはハロゲン原子を示す。】

【0006】

【化2】



【0007】【式中、Rは炭素数3又は4の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す。】で表されるβ-ヒドロキシカルボン酸又はその塩、並びにこれを含有する香料組成物を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】一般式(1)において、Rで示される炭素数3又は4の直鎖又は分岐鎖のアルキル基としては、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基及びtert-ブチル基が挙げられるが、中でもプロピル基、イソブチル基が好ましい。

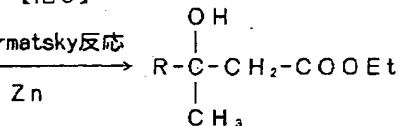
【0009】本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)の塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩、塩基性アミノ酸塩等が挙げられる。

【0010】本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)又はその塩は、不斉炭素原子を有するため光学異性体が存在し、また水和物を形成することもあるが、本発明は、そのいずれの異性体、ラセミ混合物を含む異性体混合物及び水和物をも包含するものであり、これらのいずれも香料組成物の賦香成分として使用することができる。

【0011】本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)は、例えば下記反応式に従って、レフォルマトスキー反応〔Reformatskii Reaction; Ber. 20, 1210(1887), J. Russ. Phys. Chem. Soc., 22, 44(1890)〕によりβ位に水酸基を持つエステルを合成し、そのエステルを加水分解することにより合成することができる。この方法により得られるβ-ヒドロキシカルボン酸はβ位炭素原子の不斉に基づきd体とl体の混合物となるが、香料組成物としての効果は十分に得られる。

【0012】

【化3】



【0014】本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)又はその塩は、単独では腐敗臭を有するが、低濃度で他の

香料成分と組合せることにより、アニマル系香気の賦香成分として好適に使用することができる。この場合の本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)又はその塩の香料組成物への配合量は、併用する調合香料の種類、目的とする香気の種類及び強さ等によって異なり、また目的とする香気を賦与できる量であれば特に限定されないが、一般的には0.001~5重量%の範囲が好ましい。

【0015】本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)又はその塩と組合せる他の香料成分としては特に限定されず、合成香料及び天然香料のいずれも用いることができる。天然香料としては、例えばイランイラン油、ラベンダー油、ローズ油、ジャスミン油、クラリーセージ油、サンダルウッド油、エレミ油、パチョウリ油、ペルーバルサム油、トルーバルサム油等が挙げられる。また合成香料としては、cis-3-ヘキセノール、ヘキシルシンナミックアルデヒド、シンナミックアルコール、バニリン、クマリン、リモネン、γ-ウンデカラクトン、6-アセチル-1,1,3,4,4,6-ヘキサメチル-テトラヒドロナフタレン、5-アセチル-1,1,2,3,3,6-ヘキサメチルインダン、シクロペンタデカノン、フェニルエチルアルコール、アミンシンナミックアルデヒド、ローズオキサイド、ヘリオトロピン等が挙げられる。これらの香料は、それぞれ単独で又は2種以上を混合した調合香料として、本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)又はその塩と組合せて用いることができる。

【0016】本発明の香料組成物は、香水、石けん、シャンプー、リンス、洗剤、化粧品、スプレー、芳香剤等の賦香を必要とするものに広範に使用することができる。

【0017】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0018】実施例1 3-ヒドロキシ-3-メチルヘキサン酸の合成：

乾燥窒素気流下、200ml三つ口フラスコにメチルプロピルケトン0.86gを無水テトラヒドロフラン25mlに溶解させ、攪拌下、亜鉛粉末6.5gを加えた。次にフラスコを氷冷しながら、滴下ロートより11.1mlのプロム酢酸エチルをゆっくりと連続して加え、室温で6時間反応させた後、塩化メチレンを50ml加えた。そこに飽和重層水を滴下し、起泡の発生が無くなるまで添加し、沈殿物をデカンテーションして反応液を塩化メチレンで分層した。有機層を集めて、減圧下濃縮した。濃縮後、濃縮物と同重量のエタノールを加え、2N水酸化ナトリウム水溶液2.88gを滴下した。室温で30分攪拌した後、塩化メチレン5mlを加え、1N塩酸で当量点まで中和し、塩化メチレン層を濃縮した。濃縮物をカラム精製することにより、標記化合物を得た(収率64%)。

【0019】IR (cm⁻¹ ; ヒューレットパッカード社製GC/IRシステムHP-5965B) : 3570, 2973, 1767, 1378, 1

112

MS (m/e値 ; ヒューレットパッカード社製GC/MSシステムHP-5971B) : 71(M⁺), 85, 103, 131

【0020】実施例2 3-ヒドロキシ-3,4-ジメチルヘキサン酸の合成：

乾燥窒素気流下、200ml三つ口フラスコに3-メチル-2-ペンタノン1.00gを無水テトラヒドロフラン25mlに溶解させ、攪拌下、亜鉛粉末6.5gを加えた。次にフラスコを氷冷しながら、滴下ロートより11.1mlのプロム酢酸エチルをゆっくりと連続して加え、室温で6時間反応させた後、塩化メチレンを50ml加えた。そこに飽和重層水を滴下し、起泡の発生が無くなるまで添加し、沈殿物をデカンテーションして反応液を塩化メチレンで分層した。有機層を集めて、減圧下濃縮した。濃縮後、濃縮物と同重量のエタノールを加え、2N水酸化ナトリウム水溶液2.88gを滴下した。室温で30分攪拌した後、塩化メチレン5mlを加え、1N塩酸で当量点まで中和し、塩化メチレン層を濃縮した。濃縮物をカラム精製することにより、標記化合物を得た(収率72%)。

【0021】IR (cm⁻¹ ; ヒューレットパッカード社製GC/IRシステムHP-5965B) : 3569, 2978, 1763, 1378, 1114

MS (m/e値 ; ヒューレットパッカード社製GC/MSシステムHP-5971B) : 85(M⁺), 103, 127, 145

【0022】実施例3 3-ヒドロキシ-3,5-ジメチルヘキサン酸の合成：

乾燥窒素気流下、200ml三つ口フラスコに4-メチル-2-ペンタノン1.00gを無水テトラヒドロフラン25mlに溶解させ、攪拌下、亜鉛粉末6.5gを加えた。次にフラスコを氷冷しながら、滴下ロートより11.1mlのプロム酢酸エチルをゆっくりと連続して加え、室温で6時間反応させた後、塩化メチレンを50ml加えた。そこに飽和重層水を滴下し、起泡の発生が無くなるまで添加し、沈殿物をデカンテーションして反応液を塩化メチレンで分層した。有機層を集めて、減圧下濃縮した。濃縮後、濃縮物と同重量のエタノールを加え、2N水酸化ナトリウム水溶液2.88gを滴下した。室温で30分攪拌した後、塩化メチレン5mlを加え、1N塩酸で当量点まで中和し、塩化メチレン層を濃縮した。濃縮物をカラム精製することにより、標記化合物を得た(収率74%)。

【0023】IR (cm⁻¹ ; ヒューレットパッカード社製GC/IRシステムHP-5965B) : 3569, 2986, 1764, 1377, 1114

MS (m/e値 ; ヒューレットパッカード社製GC/MSシステムHP-5971B) : 85(M⁺), 103, 127, 145

【0024】実施例4 3-ヒドロキシ-3,4,4-トリメチルペンタン酸の合成：

乾燥窒素気流下、200ml三つ口フラスコに3-メチル-2-ペンタノン1.00gを無水テトラヒドロフラン25mlに溶解させ、攪拌下、亜鉛粉末6.5gを加えた。次にフラスコを

112
510

氷冷しながら、滴下ロートより11.1mlのブrom酢酸エチルをゆっくりと連続して加え、室温で6時間反応させた後、塩化メチレンを50ml加えた。そこに飽和重層水を滴下し、起泡の発生が無くなるまで添加し、沈殿物をデカンテーションして反応液を塩化メチレンで分層した。有機層を集めて、減圧下濃縮した。濃縮後、濃縮物と同重量のエタノールを加え、2 N水酸化ナトリウム水溶液2.88 gを滴下した。室温で30分攪拌した後、塩化メチレン5 mlを加え、1 N塩酸で当量点まで中和し、塩化メチレン層を濃縮した。濃縮物をカラム精製することにより、10 標記化合物を得た（収率75%）。

【0025】IR (cm⁻¹ ; ヒューレットパッカード社製 GC/IRシステムHP-5965B) : 3568, 2972, 1762, 1379, 1

139

MS (m/e値 ; ヒューレットパッカード社製GC/MSシステムHP-5971B) : 85(M⁺), 103, 127, 145

【0026】実施例5

表1に示す組成の香料基剤(A)及び表2に示す香料基剤(B)を調製し、これに本発明化合物を添加してその香気を未添加品と比較し、添加効果を評価した。

【0027】〈評価基準〉

○ : 十分にアニマル香を付与した効果が認められる。

△ : やや付与した効果が認められる。

× : 未添加と同等で変化が認められない。

【0028】

【表1】

	成 分 (ml)	本発明香料	
		1	2
香 料 基 剤 (A)	セダーウッド油	450	
	p-クレゾール油 (10%フタル酸ジエチル溶液)	20	
	酢酸p-クレジルフェニルエチル	60	
	バチュリ油	60	
	ラブダナム アブソリュート	10	
	オリバナムレジノイド	10	
	バニリン (1%フタル酸ジエチル溶液)	20	
	クマリン (1%フタル酸ジエチル溶液)	20	
	ウンデシレンアルデヒド (10%フタル酸ジエチル溶液)	10	
	カルダモン油 (10%フタル酸ジエチル溶液)	20	
	コスタス油 (1%フタル酸ジエチル溶液)	10	
	コリアンダー油	5	
	イランイラン油 (10%フタル酸ジエチル溶液)	20	
化 合 物 (1)	ベンジルベンゾエート	200	
	フタル酸ジエチル	84	
化 合 物 (1)	3-ヒドロキシ-3-メチルヘキサン酸	1	—
	3-ヒドロキシ-3,5-ジメチルヘキサン酸	—	1
評価 (化合物(1)の添加効果)		○	○

【0029】

【表2】

	成 分 (mg)	本発明香料	
		3	4
香 料 基 剤 (B)	エチルプロピオネート	7.4	
	リモネン	20	
	エチルカプロネート	60	
	酢酸シス-3-ヘキセニル	3	
	ヘキサノール	0.1	
	アリルカプロネート	200	
	エチルオクタネート	3	
	エチルノナネート	55	
	エチルデカネート	1	
	酢酸ゲラニル	2.5	
	シトロネロール	5	
	ブチル酸 1,1-ジメチル-1-ベンジルカルビニル	35	
	γ-ウンデカラクトン	15	
	アリル (3-シクロヘキシル)プロピオネート	30	
	エチルマルトール	40	
	フタル酸ジエチル	560	
化 合 物 (1)	3-ヒドロキシ-3,4-ジメチルヘキサン酸	3	—
	3-ヒドロキシ-3,4,4-トリメチルペンタン酸	—	3
評価 (化合物(1)の添加効果)		○	○

【0030】

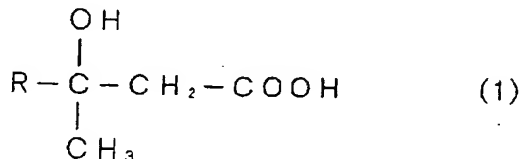
【発明の効果】本発明のβ-ヒドロキシカルボン酸(1)又はその塩は、一定濃度で他の香料成分と組合せて用いることにより、アニマル系の香気を付与することがで

き、香水、石けん、シャンプー、リンス、洗剤、化粧品、スプレー、芳香剤等の賦香を必要とするものに広範に使用することができる。

CLAIMS

1. Beta-hydroxycarboxylic acid or its salt represented by the following general formula (1)

5 [Formula 1]



10

wherein R is a straight chain or branched alkyl group having 3 or 4 carbon atoms.

15

2. A fragrance composition containing the beta-hydroxycarboxylic acid or its salt according to claim 1.

20

3. The fragrance composition according to claim 2, wherein a content of the beta-hydroxycarboxylic acid or its salt according to claim 1 is 0.001 - 5 % by weight.

DETAILED DESCRIPTION

[0001]

[Field of the Invention]

25 The present invention relates to a new compound, beta-hydroxycarboxylic acid, having an animal-like fragrance or animal note and a fragrance composition containing such a compound.

[0002]

[Description of the Prior Art and Object of the Invention]

30 Conventionally, as a fragrance material which gives the animal note, the material or component taken out from animals, such as a civet, castoreum and musk, has been used. Recently, however, these materials become hard to obtain, because of reduction of these animals or for a purpose of protecting these animals.

[0003]

35 Therefore, there is a need for an alternative material capable of giving an animal note. Particularly, there is a strong need for a more natural and palatable material, which can be easily synthesized chemically, not from or via animals.

[0004]

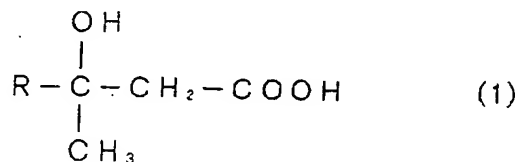
40 [Means for Solving the Problem]

In view of these needs, the present inventors devoted their efforts to develop such an alternative material, and found that a new carboxylic acid having a methyl group and a hydroxyl group at beta position satisfies the above demands, and then accomplished the present invention.

[0005]-[0007]

That is, the present invention provides beta-hydroxycarboxylic acid or its salt represented by the following general formula (1)

[Formula 2]



wherein R is a straight chain or branched alkyl group having 3 or 4 carbon atoms.

The present invention also provides a fragrance composition containing such beta-hydroxycarboxylic acid or its salt.

[0008]

[Embodiment of the Invention]

In the general formula (1), the straight chain or branched alkyl group having 3 or 4 carbon atoms represented by R may be a propyl group, an isopropyl group, a butyl group, an isobutyl group, a sec-butyl group and a tert-butyl group. Among them, the propyl group and the isobutyl group are preferable.

[0009]

The salt of beta-hydroxycarboxylic acid (1) of the present invention may be an alkali-metal salt, an alkaline-earth-metal salt, an ammonium salt, an alkanolamine salt, a basic-amino-acid salt, etc.

[0010]

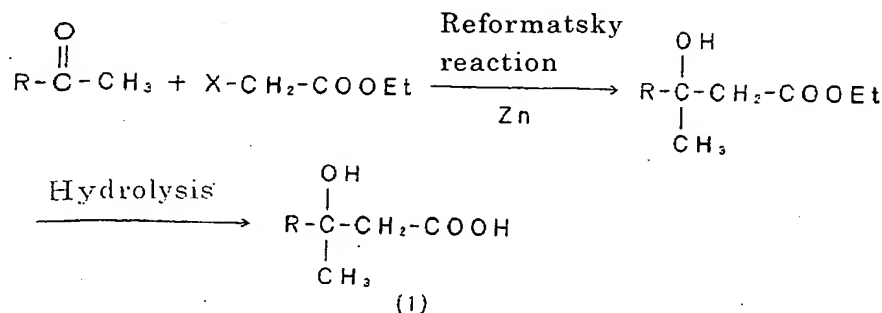
There are optical isomers or may be a hydrate of beta-hydroxycarboxylic acid (1) or its salt of the present invention, since the acid (1) or its salt has an asymmetric carbon atom. Therefore, the present invention encompasses an each isomer, a mixture of isomers, including a racemate, and the hydrate of the acid (1) and salt. These encompassed materials can be used as a fragrance component of the fragrance composition.

[0011]

For example, beta-hydroxycarboxylic acid (1) of the present invention can be synthesized according to the reaction scheme described below, in which an ester having a hydroxy group at beta position is synthesized via Reformatsky reaction [Reformatskii Reaction; Ber.20, 1210 (1887), J.Russ.Phys.Chem.Soc., 22, and 44(1890)], and the obtained ester is hydrolyzed. Although beta-hydroxycarboxylic acid obtained from this scheme is a racemic d-l mixture, because of the asymmetry of the beta-carbon atom, the effectiveness as a fragrance composition is fully acquired.

[0012]

[Formula 3]



10 [0013]

In the formula, R shows the same semantics as described above, and X shows a halogen atom.

[0014]

15 Although beta-hydroxycarboxylic acid (1) itself or its salt itself of the present invention has a putrefactive smell, they can be suitably used as a fragrance component of animal note by combining them in a low concentration with other fragrance components. In the latter case, an amount of the beta-hydroxycarboxylic acid (1) or its salt of the present invention in the fragrance composition differs, depending on a kind of other fragrance components to be blended with, a kind or intensity of a desired fragrance or note. Furthermore, the amount is not limited to any special range, but a preferable range in ordinary case is a range of 0.001 to 5 % by weight.

[0015]

25 Other fragrance components to be blended with the beta-hydroxycarboxylic acid (1) or its salt of the present invention are not limited to any special components, and may be of synthesized fragrance components or may be of natural fragrance components. The natural fragrance components may be ilang-ilang oil, lavender oil, rose oil, jasmine oil, clary sage oil, sandalwood oil, elemi oil, patchouli oil, Peruvian balsam oil, tolu balsam oil and so on. Moreover, the synthesized fragrance components may be cis-3-hexenol, hexyl cinnamic aldehyde, cinnamic alcohol, vanillin, coumarin, limonene, γ -undecalactone, 6-acetyl-1,1,3,4,4,6-hexamethyl-tetrahydronaphthalene, 5-acetyl-1,1,2,3,3,6-hexamethylindan, cyclo pentadecanone, phenylethyl alcohol, amine cinnamic aldehyde, rose oxide, heliotropine and so on. These fragrance components can be used solely or as a blended fragrance obtained by mixing two or more kinds of them, so as to be blended with the beta-hydroxycarboxylic acid (1) or its salt of the present invention.

[0016]

40 The fragrance composition of the present invention has a variety of use or application, including perfume, soap, shampoo, rinse, detergent, cosmetics, spray, deodorizer and so on, which need to be aromatized.

[0017]

Examples

The present invention is now be illustrated further in detail, with reference to examples. However, the present invention is not limited to the following examples.

[0018]

5 <Example 1: Synthesis of 3-hydroxy-3-methyl hexanoic acid>

Under dried nitrogen gas stream, in a 200ml three-necked flask, methyl propyl ketone 0.86g was dissolved into anhydrous tetrahydrofuran 25ml. While stirring, zinc powder 6.5g was added into this solution. Then, while ice-cooling the flask, ethyl bromoacetate 11.1 ml was slowly and continuously added into the flask via a dropping funnel. After the reaction at a room temperature for 6 hours, methylene chloride 50 ml was added. Aqueous saturated solution of sodium bicarbonate was dropped thereto until a gas bubble was not generated any longer. The sediment was decanted, so that the reaction liquid is subjected to the phase partition with methylene chloride. The organic phase was collected and then concentrated under reduced pressure. After concentration, ethanol of the same weight as the concentrate is added to the concentrate, and then 2.88g of 2N sodium hydroxide aqueous solution was dropped. After stirring at a room temperature for 30 minutes, 5 ml of methylene chlorides was added, and the reaction mixture was neutralized by 1N hydrochloric acid until the equivalent point, and the methylene chloride phase was concentrated. The concentrate was subjected to column purification to obtain a compound of interest (64% of yield).

[0019]

25 IR (cm⁻¹; GC/IR system HP-5965B fabricated by Hewlett Packard): 3570, 2973, 1767, 1378, 1112.

MS (m/e value; GC/MS system HP-5971B fabricated by Hewlett Packard): 71 (M⁺), 85, 103, 131

[0020]

30 <Example 2: Synthesize of 3-hydroxy-3,4-dimethyl hexanoic acid>

Under dried nitrogen gas stream, in a 200ml three-necked flask, 3-methyl-2-pentanone 1.00g was dissolved into anhydrous tetrahydrofuran 25ml. While stirring, zinc powder 6.5g was added into this solution. Then, while ice-cooling the flask, ethyl bromoacetate 11.1ml was slowly and continuously added into the flask via a dropping funnel. After the reaction at a room temperature for 6 hours, methylene chloride 50ml was added. Aqueous saturated solution of sodium bicarbonate was dropped thereto until a gas bubble was not generated any longer. The sediment was decanted, so that the reaction liquid is subjected to the phase partition with methylene chloride. The organic phase was collected and then concentrated under reduced pressure. After concentration, ethanol of the same weight as the concentrate is added to the concentrate, and then 2.88g of 2N sodium hydroxide aqueous solution was dropped. After stirring at a room temperature for 30 minutes, 5ml of methylene chlorides was added, and the

reaction mixture was neutralized by 1N hydrochloric acid until the equivalent point, and the methylene chloride phase was concentrated. The concentrate was subjected to column purification to obtain a compound of interest (72% of yield).

5 [0021]

IR (cm⁻¹; GC/IR system HP-5965B fabricated by Hewlett Packard): 3569, 2978, 1763, 1378, 1114.

MS (m/e value; GC/MS system HP-5971B fabricated by Hewlett Packard B): 85 (M⁺), 103, 127, 145.

10 [0022]

<Example 3: Synthesis of 3-hydroxy-3,5-dimethyl hexanoic acid>

Under dried nitrogen gas stream, in a 200ml three-necked flask, 4-methyl-2-pentanone 1.00g was dissolved into anhydrous tetrahydrofuran 25ml. While stirring, zinc powder 6.5g was added into this solution. Then, 15 while ice-cooling the flask, ethyl bromoacetate 11.1ml was slowly and continuously added into the flask via a dropping funnel. After the reaction at a room temperature for 6 hours, methylene chloride 50ml was added. Aqueous saturated solution of sodium bicarbonate was dropped thereto until a gas bubble was not generated any longer. The sediment was decanted, so 20 that the reaction liquid is subjected to the phase partition with methylene chloride. The organic phase was collected and then concentrated under reduced pressure. After concentration, ethanol of the same weight as the concentrate is added to the concentrate, and then 2.88g of 2N sodium hydroxide aqueous solution was dropped. After stirring at a room 25 temperature for 30 minutes, 5ml of methylene chlorides was added, and the reaction mixture was neutralized by 1N hydrochloric acid until the equivalent point, and the methylene chloride phase was concentrated. The concentrate was subjected to column purification to obtain a compound of interest (74% of yield).

30 [0023]

IR (cm⁻¹; GC/IR system HP-5965B fabricated by Hewlett Packard): 3569, 2986, 1764, 1377, 1114.

MS (m/e value; GC/MS system HP-5971B fabricated by Hewlett Packard B): 85 (M⁺), 103, 127, 145.

35 [0024]

<Example 4: Synthesis of 3-hydroxy-3,4,4-trimethyl pentanoic acid>

Under dried nitrogen gas stream, in a 200ml three-necked flask, 3-methyl-2-pentanone 1.00g was dissolved into anhydrous tetrahydrofuran 25ml. While stirring, zinc powder 6.5g was added into this solution. Then, 40 while ice-cooling the flask, ethyl bromoacetate 11.1ml was slowly and continuously added into the flask via a dropping funnel. After the reaction at a room temperature for 6 hours, methylene chloride 50ml was added. Aqueous saturated solution of sodium bicarbonate was dropped thereto until a gas bubble was not generated any longer. The sediment was decanted, so

that the reaction liquid is subjected to the phase partition with methylene chloride. The organic phase was collected and then concentrated under reduced pressure. After concentration, ethanol of the same weight as the concentrate is added to the concentrate, and then 2.88g of 2N sodium hydroxide aqueous solution was dropped. After stirring at a room temperature for 30 minutes, 5ml of methylene chlorides was added, and the reaction mixture was neutralized by 1N hydrochloric acid until the equivalent point, and the methylene chloride phase was concentrated. The concentrate was subjected to column purification to obtain a compound of interest (75% of yield).

[0025]

IR(cm^{-1} ; GC/IR system HP-5965B fabricated by Hewlett Packard): 3568, 2972, 1762, 1379, 1139.

MS (m/e value; GC/MS system HP-5971B fabricated by Hewlett Packard): 85 (M^+), 103, 127, 145.

[0026]

<Example 5>

A fragrance base (A) of which composition is shown in Table 1 and a fragrance base (B) of which composition is shown in Table 2 are prepared. The compound of the present invention is added to the prepared bases, in order to evaluate the effect of adding the inventive compound by comparing each note or fragrance with note or fragrance of bases including no compound of the present invention.

[0027]

<Evaluation Criteria>

○: An effect of adding the animal note is sufficiently recognized.

△: An effect of adding the animal note is some recognized.

×: An effect of adding the animal note is not recognized, and comparable to the case of adding no compound of the present invention.

[0028]

[Table 1]

	Component (ml)	Fragrance of Invention	
		1	2
Fragrance Base (A)	Cedarwood oil	450	
	p-cresol oil (10% diethyl phthalate solution)	20	
	p-cresyl phenyl ethyl acetate	60	
	Patchouli oil	60	
	Labdanum absolute	10	
	Olibanum resinoid	10	
	Vanillin (1% diethyl phthalate solution)	20	
	Coumarin (1% diethyl phthalate solution)	20	
		10	

	Undecylene aldehyde (10% diethyl phthalate solution)	20	
	Cardamom oil (10% diethyl phthalate solution)	10	
	Costus oil (1% diethyl phthalate solution)	5	
	Coriander oil	20	
	Ilang-ilang oil (10% diethyl phthalate solution)	200	
	Benzil benzoate	84	
	Ethyl phthalate		
Compound (1)	3-hydroxy-3-methylhexanoic acid	1	-
	3-hydroxy-3,5-dimethylhexanoic acid	-	1
Evaluation (Effect of adding Compound (1))		○	○

[0029]

[Table 2]

	Component (ml)	Fragrance of Invention	
		3	4
Fragrance Base (B)	Ethyl propionate	7.4	
	Limonene	20	
	Ethyl capronate	60	
	Cis-3-hexenyl acetate	3	
	Hexanol	0.1	
	Allyl capronate	200	
	Ethyl octanate	3	
	Ethyl nonanate	55	
	Ethyl decanate	1	
	Geranyl acetate	2.5	
	Citronellol	5	
	1,1-dimethyl-1-benzil carbinyl butyric acid	35	
	γ -undecalactone	15	
	Allyl(3-cyclo hexyl) propionate	30	
	Ethyl maltol	40	
	Diethyl phthalate	560	
Compound (1)	3-hydroxy-3,4-dimethylhexanoic acid	3	-
	3-hydroxy-3,4,4-trimethylpentanoic acid	-	3
Evaluation (Effect of adding Compound (1))		○	○

[0030]

[Effect of the Invention]

5

Beta-hydroxycarboxylic acid (1) or its salt of the present invention can provide the animal note, when used at a certain concentration with other fragrance components. The present invention can be used in various

application including perfume, soap, shampoo, rinse, detergent, cosmetics, spray, deodorizer and so on, which need to be aromatized.